Journal of Metallurgical and Materials Engineering, 36, 2. 2025. (45-56)

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

Investigation of the Microstructure and Mechanical Properties of Al5083-ZrB_2 Nanocomposite Fabricated by Stire Casting*

Research Article

Masoud.Motamedi yegane[1] Ali.Alizadeh[2]

DOI: 10.22067/jmme.2025.89865.1160

1- Introduction

Zirconium diboride is one of the reinforcing materials in which its mechanical and abrasion properties have attracted the attention of industries and researchers . The effect of addition of zirconium diboride (ZrB_2) nanoparticles on the microstructure and tensile properties of Al5083 aluminum matrix composite was evaluated in the current research. Al5083-5 wt.% ZrB_2 and Al5083-10 wt.% ZrB_2 nanocomposites were produced at 1000°C using in situ-stir casting method. The casted samples were subjected to hot extrusion process to homogenize the distribution of the reinforcement particles in the matrix. Besides, the ZrB_2 nanoparticles synthesized using zirconium oxide (ZrO_2), potassium tetrafluoro boride (KBF_4), and molten aluminum. X-ray diffraction (XRD), optical microscopy (OM) and field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) were used to investigate the microstructure, surfaces and fracture mechanism of the prepared composites. The mechanical properties results showed that addition of 10% by weight of ZrB_2 particles, increased the ultimate tensile strength by 18.2% and reduced the strain by 19.5%. The additional extrusion process reduced the porosity and increased density, as well.

2- Research Method

In this research, industrial 5083 aluminum alloy (produced by Iran Aluminum Company), industrial cryolite powder (Na_3AlF_6) with dimensions less than 80 microns, industrial zirconium oxide (ZrO_2) powder with a purity of 98% and dimensions less than 60 microns, and potassium tetrafluoroborate salt (KBF_4) with a purity of 98% and a dimension of less than 80 microns were used as row materials. During the composite manufacturing stage, ZrO_2, Na_3AlF_6 and KBF_4 powders were first mixed and ball-milled in the 2:1:1 ratio, respectively, at a speed of 80 rpm. Aluminum 5083 was melted at a temperature of 1000 °C. After adding the mixed powders, stirring was continued for 10 minutes with a mechanical stirrer at a speed of 70 rpm. Table 1 shows the coding of manufactured samples. After the melt was prepared, it was poured into a mold as an ingot. The cast samples were cut to a length of approximately 45 mm and subjected to hot extrusion in a 1:9 extrusion die made of w360 hot-work tool steel at a temperature of 500 ℃. By applying a pressure of 700 bar, the length of the sample reached approximately 270 mm. The extruded samples were subjected to tensile testing according to ASTM E8M standard.

Table 1: Fabricated samples

Sample	Sample name
Al5083	S_1
Al5083-5%ZrB_2	S_2
Al5083-10% ZrB_2	S_3

3- Results and Discussion

The in-situ formation of titanium diboride reinforcing particles in the 5083-aluminum matrix was evaluated by EDS results of Fig 2. Figure 3 shows the field emission scanning electron microscope image of the nano-sized particles of the zirconium diboride. Figure 4 shows the stress-strain diagram of Al5083 as a control sample and Al5083-10wt% ZrB_2 nanocomposite after hot extrusion process. As can be seen, the strength and elongation percentage of Al5083-10wt% ZrB_2 nanocomposite have increased.

*Manuscript received September 17, 2024, Revised December 14, 2024, Accepted May 16, 2025.

1 Corresponding author: Master's degree in Nanotechnology, Nanomaterials, University Complex of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology (MUT), Tehran, Tehran, Iran. **Email**: maseodyegane@gmail.com

2 Associate Professor, University Complex of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology (MUT), Tehran, Tehran, Iran.

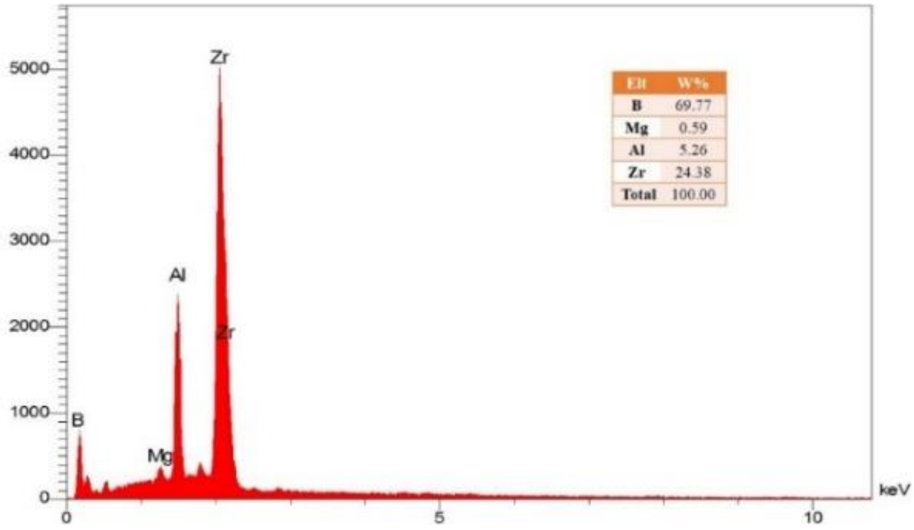


Figure 2: EDS analysis

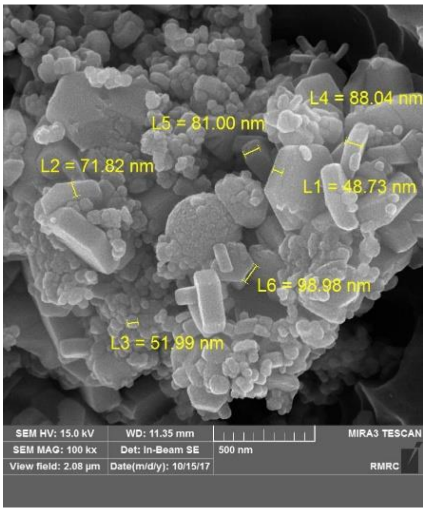


Figure 3: Size of zirconium diboride nanoparticles.

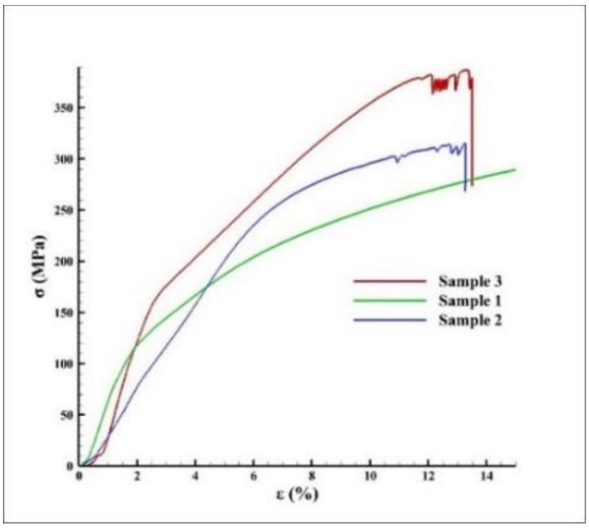


Figure 4: Stress-strain diagram

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۶، ۲، ۱۴۰۴. (۵۶-۴۵)

مهندسی متالورژی و مواد
https://jmme.um.ac.ir/
انجمن آهن و فولاد ایران
دانشگاه فردوسی مشهد

بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت $Al5083\text{-}ZrB_2$ ساخته شده به روش ریخته‌گری گردابی *

مقاله پژوهشی

مسعود معتمدی یگانه[۱] علی علیزاده[۲]

DOI: 10.22067/jmme.2025.89865.1160

چکیده *در پژوهش حاضر، تأثیر افزودن نانوذرات دی بوراید زیرکونیم (ZrB_2) بر ریزساختار و خواص کششی کامپوزیت زمینه آلومینیوم ۵۰۸۳ مطالعه و بررسی شد. نانوکامپوزیت‌های $Al5083\text{-}5wt\%\ ZrB_2$ و $Al5083\text{-}10wt\%\ ZrB_2$ به روش ریخته‌گری گردابی در دمای ۱۰۰۰ درجه سلسیوس با فرایند سنتز درجا تولید شدند. سپس نمونه‌ها به منظور توزیع یکنواخت تقویت کننده‌ها در زمینه تحت عملیات تکمیلی اکستروژن گرم قرار گرفتند. نانوذرات ZrB_2 مورد استفاده در این پژوهش با روش درجا به وسیله کریولیت (Na_3AlF_6)، اکسید زیرکونیم (ZrO_2) و پتاسیم تترافوروبوراید (KBF_4) در مذاب آلومینیوم فراوری شد. به منظور بررسی ریزساختار، سطوح و سازکار شکست نمونه‌ها از آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD)، میکروسکوپ نوری (OM) و میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM) و برای ارزیابی خواص مکانیکی از آزمون کشش استفاده شد. نتایج آزمون کشش نشان داد که افزودن ۱۰ درصد وزنی ذرات ZrB_2 در مقایسه با نمونه بدون تقویت کننده، باعث افزایش ۱۸٫۲ درصدی استحکام کششی نهایی و کاهش ۱۹/۵درصدی کرنش می‌شود. همچنین عملیات تکمیلی اکستروژن سبب کاهش تخلخل شده در نتیجه چگالی افزایش یافته است.*

واژه‌های کلیدی سنتز درجا، آلومینیوم ۵۰۸۳، ریخته‌گری گردابی، نانوذرات دی بوراید زیرکونیوم.

Investigation of the Microstructure and Mechanical Properties of $Al5083\text{-}ZrB_2$ Nanocomposite Fabricated by Stire Casting

Masoud Motamedi yegane Ali Alizadeh

Abstract *This study, the effect of adding zirconium diboride (ZrB_2) nanoparticles on the microstructure and tensile properties of Al5083 aluminum matrix composite was studied. $Al5083\text{-}5wt\%\ ZrB_2$ and $Al5083\text{-}10wt\%\ ZrB_2$ nanocomposites were produced by situ-stir casting at 1000°C using in-situ synthesis. Then, the samples were subjected to hot extrusion for uniform distribution of the reinforcements in the matrix. The ZrB_2 nanoparticles used in this study were processed in situ using cryolite (Na3AlF6), zirconium oxide (ZrO_2) and potassium tetrafluoroboride (KBF_4) in molten aluminum. X-ray diffraction (XRD), optical microscopy (OM) and field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) were used to investigate the microstructure, surfaces and fracture mechanism of the samples, and tensile testing was used to evaluate the mechanical properties. The tensile test results showed that the addition of 10% by weight of ZrB2 particles, compared to the sample without reinforcement, increased the ultimate tensile strength by 18.2% and reduced the strain by 19.5%. Also, the additional extrusion process reduced the porosity resulting in increased density.*

Keywords In situ synthesis, Aluminum 5083, stire casting, Zirconium diboride nanoparticle.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۶/۲۷ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۲/۲۷ می‌باشد.

(۱) نویسندهٔ مسئول؛ کارشناس ارشد نانوفناوری، نانومواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر تهران، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، تهران.
Email: maseodyegane@gmail.com
(۲) دانشیار مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران.

مقدمه

نانوکامپوزیت‌ها در سال‌های اخیر چه در زمینه علمی و چه در زمینه مهندسی مورد توجه زیادی قرار گرفته‌اند. این بحث‌ها از فرضیه‌های ساده‌ای نتیجه می‌شوند که از ذرات سازنده دارای ابعادی در حد نانومتر استفاده می‌کنند و این امکان را فراهم می‌کنند تا موادی جدید با انعطاف‌پذیری بی‌نظیر و خواص فیزیکی پیشرفته، طراحی و ساخته شوند. این قابلیت کامپوزیت‌ها با به کار بردن ذرات سازنده در حد نانو از نوع شیمیایی غیر هموژن، در رشته‌ها و زمینه‌های علمی متعددی به کار گرفته می‌شود. از آنجایی که اجزای یک نانوکامپوزیت ساختار، ترکیب و ویژگی‌های متفاوتی دارد، کاربردهای بسیار مختلفی نیز خواهند داشت. بنابراین، موادی که از آن‌ها ساخته می‌شوند، می‌توانند دارای کاربردهای چندگانه باشند. به طور کلی، مواد نانوکامپوزیت می‌توانند خواص مکانیکی، الکتریکی، نوری، الکتروشیمیایی و ساختار متفاوتی نسبت به اجزای تشکیل دهنده خود، نشان د هند [1-8].

دی‌بورید زیرکونیوم نیز از جمله مواد تقویت‌کننده‌ای است که خواص مکانیکی و سایشی آن، توجه صنایع و پژوهشگران را به خود معطوف کرده است. مقادیر بالای مدول الاستیک، مدول برشی، سختی، پایداری حرارتی و چقرمگی شکست این ماده، نشانگر توانایی‌های آن برای تقویت کردن زمینه‌های فلزی برای مصارف مختلف صنعتی است [2].

روش ریخته‌گری گردابی روشی خاص، قابل قبول و کارا در بین انواع روش‌های تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی است. مطابق بررسی‌های انجام شده توسط محققان، هزینه‌های تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی به روش ریخته‌گری گردابی تقریبا ۳۰ تا ۵۰ درصد نسبت به سایر روش‌های تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی کمتر است. این روش یکی از اساسی‌ترین روش‌های تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی در حالت مایع می‌باشد. در این روش در ابتدا فلز مورد نظر در بوته ریخته شده و تا دمای ذوب گرم می‌شود تا به صورت مذاب درآید. دمای مذاب در ابتدا به بالاتر از دمای ذوب رسانده می‌شود. پس از این مرحله پروانه‌ای که در تماس با شفت موتوردار است پیش گرم می‌شود. جنس این پروانه می‌تواند از گرافیت باشد. سرعت پروانه قبل از اینکه داخل مذاب شود تنظیم می‌شود [9-14].

با توجه به کاربردهای فراوان کامپوزیت‌های زمینه فلزی پژوهش‌های قابل توجهی در جهت توسعه نانوکامپوزیت‌ها صورت گرفته است که در آن‌ها تقویت‌کننده‌ها از طریق واکنش‌های گرمازا بین عناصر یا بین عناصر و ذرات موجود در قطعه تشکیل می‌شوند. به خاطر تشکیل تقویت کننده‌های سرامیکی پاید ار (بورایدها، کاربیدها، نیتریدها و اکسیدها) در اندازه‌های نانو در این روش، قطعه دارای ویژگی‌های مکانیکی عالی است. این مواد دارای ویژگی‌های مطلوب فلزات (انعطاف‌پذیری و سفتی) و سرامیک‌ها (استحکام و مدول بالا) هستند [15-18].

علاوه بر خواص تک‌تک اجزا در یک نانوکامپوزیت، فصل مشترک (Interface) ها نیز نقش مهمی در افزایش یا محدود کردن خواص کلی سیستم ایفا می‌کنند. با توجه به انرژی سطحی بالا در نانوساختارها، نانوکامپوزیت‌ها فصول مشترک بسیاری بین فازهای ترکیب شده اجزا نشان می‌دهند. گاهی اوقات ویژگی‌های مخصوص مواد نانوکامپوزیتی، از برخورد فازهای آن در فصل مشترک‌ها ناشی می‌شود. یک فصل مشترک بدون فعل و انفعال، تنها می‌تواند مناطق ضعیفی را در کامپوزیت ایجاد کند، که باعث می‌شود خواص مکانیکی آن افزایش نیابد [19,20].

ذرات سرامیکی با ابعاد نانو از آن جهت که بدون کاهش چشمگیر درصد ازدیاد طول (Elongation) باعث افزایش استحکام ماده می‌شوند در ساخت کامپوزیت‌ها بسیار مورد توجه قرار گرفته اند. از طرف دیگر در مقایسه با ذرات با ابعاد در حد میکرومتر، مساحت سطح نانوذرات بسیار بیشتر است و بنابراین یک نانوکامپوزیت می‌تواند خواص منحصر به فردی داشته باشد . [5]نانوذرات دی بوراید تیتانیوم برای بهبود خواص مکانیکی و حرارتی نانوکامپوزیت‌ها به ویژه کامپوزیت‌های زمینه فلزی با زمینه آلومینیوم بسیار پر کاربرد هستند [14].

روش درجا یکی از روش‌های جدید ساخت کامپوزیت‌ها است که در آن فاز تقویت‌کننده داخل زمینه تشکیل می‌شود، در حقیقت فاز تقویت‌کننده از طریق انجام واکنش‌های شیمیایی بین عناصر، یا بین عناصر و ترکیب‌های دیگر درون فاز زمینه ایجاد می‌شود. بنابراین، فاز تقویت کننده با ابعاد ریز و توزیع یکنواختی در زمینه پراکنده می‌شود. مزیت عمده روش درجا، ترشوندگی مناسب ذرات تقویت کننده توسط مذاب است. کامپوزیت‌های تولید شده به روش درجا، پایداری ترموشیمیایی بالایی دارند [19]. اختلاط مکانیکی الیاف، ذرات، ویسکرها با زمینه‌های

مختلف که به صورت متداول و سنتی انجام گرفته است، اکثرا از نظر شیمیایی ناپایدارند. فرایندهای درجا، سیستم‌های فلزات آهنی یا مواد بین فلزی، ناسازگاری بین زمینه‌ها و تقویت کننده‌ها را با ایجاد فاز دوم توسط جوانه‌زنی و رشد از فاز زمینه مادر با پایداری ترمودینامیکی بالا از بین می‌برند [20]. یکی از مزایای اصلی فرایندهای درجا این است که انجام واکنش، مشکلات ترشوندگی ذرات را حذف می‌کند و در نتیجه فصل مشترکی نسبتا تمیز و مستحکم ایجاد می‌شود [16].

وجود تقویت کننده‌های ایجاد شده به روش درجا درون یک محیط (سیستم آلیاژی دما بالا) باعث افزایش استحکام شده، در حالی که کسر حجمی نسبتا پایین ذرات تقویت کننده، چگونگی شکست و ازدیاد طول نسبی را ثابت نگه می‌دارند و همچنین کارایی در دمای بالا افزایش می‌یابد [18]. اکسیدها، کاربیدها، نیتریدها، سیلیکات‌ها و بورایدها برای اجرای نقش فاز تقویت کننده مواد کامپوزیتی مناسب می‌باشند. سرعت تشکیل و سازگاری این ترکیبات با آلیاژهای مختلف زمینه متفاوت است. ذرات تقویت کننده شامل TiB_2، B_4C، ZrB_2 و SiC درون آلیاژهای متداولی به عنوان زمینه مثل Al، Ni و Cu یا سیستم‌های با زمینه بین فلزی مقاوم به حرات، کامپوزیت‌های معمول تولید شده به روش درجا هستند [5-3].

یکی از فرایندهای تولید کامپوزیت $Al\text{-}ZrB_2$ فرایند XD^{TM} شرکت Martin Marietta می‌باشد. در این فرایند تشکیل ذرات دی بوراید تیتانیوم در زمینه آلومینیوم و آلیاژهای آن به صورت مخلوط پودرهای حاوی بور و تیتانیوم در مذاب آلومینیوم انجام می‌گیرد [15].

فرایند دیگری برای تولید کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی با ذرات سخت دی بوراید تیتانیوم به صورت مخلوط نمک‌های K_2ZrF_6 و KBF_4 می‌باشد. در این روش نمک K_2ZrF_6 حاوی زیرکونیوم و KBF_4 حاوی بور است. مهم‌ترین مزیت این روش ریز بودن ذرات دی بوراید تیتانیوم است که اگر پارامترهای سینتیک واکنش رعایت شود ذرات نانومتری با پایداری مطلوب در آلومینیوم تشکیل خواهد شد [12].

از فرایندهای دیگر برای تشکیل ذرات دی بوراید زیرکونیوم به پوردهای Na_3AlF_6، ZrO_2 و KBF_4 می‌توان اشاره کرد. این فرایند شباهت بسیار نزدیکی با روش K_2TiF_6 و KBF_4 داشته با این تفاوت که از مخلوط پودرهای Na_3AlF_6 و ZrO_2 نمک سدیم Na_2ZrF_6 تشکیل شده که مانند نمک K_2ZrF_6 عمل می‌کند. از واکنش نمک Na_2ZrF_6 با KBF_4 در مذاب آلومینیوم ذرات دی بوراید زیرکونیوم تشکیل می‌شود (واکنش ۱) [8].

$$Na_2ZrF_6+2KBF_4 \rightarrow ZrB_2+2NaF+2KF+5F_2 \qquad (۱)$$

در این پژوهش هدف اصلی، تشکیل ذرات دی بوراید زیرکونیم با اندازه ذرات نانومتری می‌باشد که با فرایند درجا با مخلوط پودرهای Na_3AlF_6، ZrO_2، KBF_4 در آلومینیوم ۵۰۸۳ مورد بررسی قرار گرفت. از جمله عواملی که به صورت درجا بر روی نحوه شکل‌گیری ذرات دی بوراید زیرکونیم تأثیر دارد می‌تواند به زمان واکنش، ترکیب شیمیایی مواد اشاره کرد.

روش تحقیق

مواد اولیه مورد استفاده

در این پژوهش از آلیاژ آلومینیوم ۵۰۸۳ صنعتی (تولید شده توسط شرکت آلومینیوم ایران)، پودر کریولیت (Na_3AlF_6) صنعتی با ابعاد کمتر از ۸۰ میکرون، پودر اکسید زیرکونیوم (ZrO_2) صنعتی با خلوص ۹۸ درصد و با ابعاد ۶۰ میکرون، نمک پتاسیم تترا فلورو بورات (KBF_4) با خلوص ۹۸ درصد با ابعاد کمتر از ۸۰ میکرون مورد استفاده قرار گرفت.

ساخت نانوکامپوزیت

در مرحله ساخت ابتدا پودرهای ZrO_2، Na_3AlF_6 و KBF_4 با نسبت ۲:۱:۱ در بال میل با محفظه پلیمری و با سرعت ۸۰ دور در دقیقه مخلوط شدند. از آنجایی که پودرهای مخلوط شده در اتمسفر محیط نگهداری می‌شوند لذا دارای کمی رطوبت محیطی هستند که با ورود به مذاب سبب ایجاد سرباره و ایجاد حباب‌های گازی و تخلخل در نمونه می‌شود و برای جلوگیری از ایجاد عیوب در نمونه پودرهای مخلوط شده را در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد [13] پیش گرم کرده تا رطوبت از بین برود.

در مرحله ساخت نانوکامپوزیت از کوره مقاومتی برای ذوب نمودن آلومینیوم ۵۰۸۳ و واکنش بین پودرهای مخلوط شده استفاده شد. آلومینیوم ۵۰۸۳ در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد برای اضافه نمودن پودرهای مخلوط شده و واکنش بین آن‌ها و سنتز درجا دی بوراید زیرکونیوم در مذاب آلومینیوم ۵۰۸۳ ذوب گردید. همزن مکانیکی با هدف تلاطم و پخش کردن پودرها در مذاب برای سنتز درجا دی بوراید زیرکونیوم و توزیع یکنواخت

تقویت کننده در زمینه جهت ایجاد خواص مکانیکی مطلوب و ایجاد فصل مشترک و ترشوندگی بین ذرات تقویت کننده با زمینه آلومینیوم ۵۰۸۳ با سرعت ۷۰ دور در دقیقه استفاده شد. در همزن مکانیکی از پره گرافیکی به دلیل مقاومت دمایی بالا گرافیت استفاده شد. پودرهای مخلوط شده ZrO_2، Na_3AlF_6 و KBF_4 به صورت تدریجی به مذاب اضافه شد در حالی که همزن مکانیکی در حال ایجاد تلاطم در مذاب بود. پس از اضافه کردن پودرهای مخلوط شده، به مدت ۱۰ دقیقه همزدن ادامه یافت.

برای جلوگیری از اکسیداسیون آلومینیوم ۵۰۸۳ و ایجاد سرباره و واکنش بین پودرها، همزدن به مدت ۵ دقیقه متوقف شده و مذاب در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد نگهداری شد. چگالی دی بوراید زیرکونیوم ۶/۰۲ گرم بر سانتی‌متر مکعب و چگالی آلومینیوم ۵۰۸۳، ۲/۷ گرم بر سانتی‌متر مکعب می‌باشد. چگالی دی بوراید زیرکونیوم سنگین‌تر از آلومینیوم ۵۰۸۳ است که سبب رسوب در زمینه می‌شود و برای جلوگیری از عیوب ریختگی از قبیل آگلومره شدن ذرات تقویت کننده و عدم توزیع یکنواخت ذرات تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم همزدن ثانویه به مدت ۱۰ دقیقه به فرایند ساخت نانوکامپوزیت اضافه شد. جدول (۱) نمونه‌های ساخته شده را نشان می‌دهد.

جدول ۱ نمونه‌های ساخته شده

نام نمونه	نمونه
S_1	Al5083
S_2	Al5083-5%ZrB_2
S_3	Al5083-10% ZrB_2

در طی فرایند ساخت نانوکامپوزیت Al5083-ZrB_2 واکنش‌های زیر بین پودرهای مخلوط شده و مذاب رخ می‌دهد [7].

$$4Mg+3ZrO_2 \rightarrow 2Zr+4MgO \quad (۲)$$

$$KBF_4 \rightarrow KF+BF_3 \quad (۳)$$

$$2Al+2BF_3+Zr \rightarrow ZrB_2+2AlF_3 \quad (۴)$$

$$2Na_3AlF_6+2\ ZrO_2 \rightarrow 2Na_2ZrF_6+Na_2O+Al_2O_3 \quad (۵)$$

$$Na_2ZrF_6+2KBF_4 \rightarrow ZrB_2+2NaF+2KF+5F_2 \quad (۶)$$

$$Al_2O_3+2Na_3AlF_6 \rightarrow 3Na_2O+4Al+6F_2 \quad (۷)$$

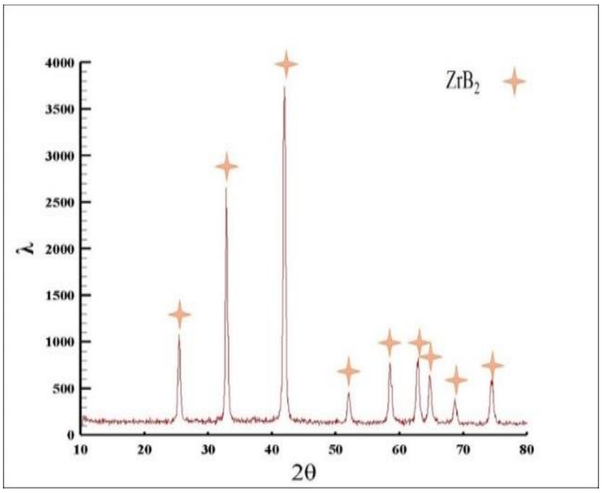
پس از آماده شدن مذاب، سرباره تولید شده از روی مذاب گرفته شده و مذاب تهیه شده به صورت شمش درون قالب ریخته شد.

نمونه‌های ریختگی، به طول تقریبی ۴۵ میلی‌متر بریده شد و تحت عملیات اکستروژن گرم، در یک قالب اکستروژن با نسبت ۱:۹ از فولاد ابزار گرم‌کار w360 ساخته شده توسط شرکت بوهلر با دمای ۵۰۰ درجه سلسیوس قرار گرفت که با اعمال فشار ۷۰۰ بار، طول نمونه به حدود ۲۷۰ میلی‌متر رسید. به منظور جلوگیری از اصطکاک بین قالب و نمونه کامپوزریتی، از روان‌ساز مولیکوت (خریداری شده از شرکت داوکورنینگ–مولیکوت کشور آلمان) استفاده شد. نمونه‌های اکسترود شده با استاندارد ASTM E8M تحت آزمون کشش قرار گرفت. در ادامه نمونه‌ها تحت بررسی‌های ریزساختاری توسط میکروسکوپ نوری (OM)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM)، آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD)، تست چگالی استفاده شد.

نتایج و بحث

بررسی پراش اشعه ایکس (XRD)

در این پژوهش، به منظور شناسایی فاز تقویت کننده، از دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD) ساخت شرکت فیلیپس مدل D6792 کشور هلند استفاده شد. نمونه‌ها در مرحله آماده‌سازی نمونه، برای تشخیص فازهای تشکیل شده در حین فرایند درجا، در هیدروکلریک اسید ((Hydrochloric Acid(HCl) قرار داده شدند تا پس از حذف Al5083 فازهای تشکیل شده آنالیز شوند. در بررسی نمودارهای پراش اشعه ایکس که در شکل (۱) آورده شده‌اند، ملاحظه می‌شود که با بهینه‌سازی فاکتورهای دما و درصد وزنی فاز تقویت کننده نانوذرات دی بوراید زیرکونیوم که نقش اساسی را در این پروژه ایفا می‌کنند، به راحتی پیک‌های مربوطه آشکار می‌شوند و می‌توان از وجود تقویت‌کننده دی بوراید زیرکونیوم اطمینان حاصل کرد.



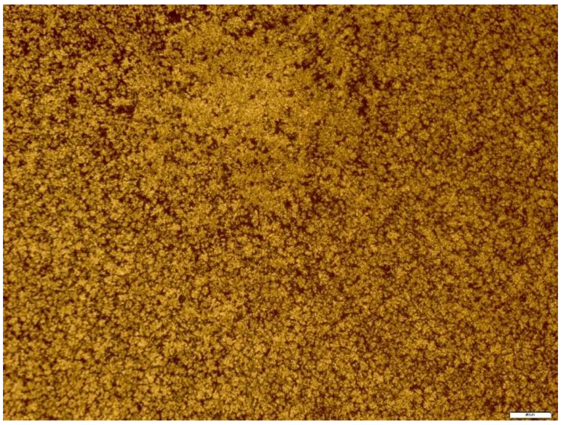
شکل ۱ الگوی پراش اشعه ایکس ذرات دی بوراید زیرکونیوم

بررسی تصاویر میکروسکوپ نوری (OM)

نمونه‌ها پس از متالوگرافی و پولیش با آلومینای میکرونی با محلول کلر (Keller) (۲/۵HNO_3، ۱/۵HCl، ۱HF و ۹۵H_2O) اچ شدند و توسط میکروسکوپ نوری مورد بررسی قرار گرفتند. توزیع ذرات تقویت کننده و تغییر ساختار انجمادی، عیوب و تخلخل‌ها در زمینه آلومینیومی مشاهده شده و چون بین ریز ساختار و خواص مکانیکی رابطه مستقیمی وجود دارد، این نتایج با نتایج به دست آمده از آزمون‌های خواص مکانیکی مقایسه شد. فرایند اکستروژن گرم بر روی نمونه‌ها باعث کاهش تخلخل شده و خوشه‌های تقویت‌کننده از بین می‌روند و توزیع یکنواختی از ذرات در زمینه صورت می‌گیرد (شکل ۲ و ۳).



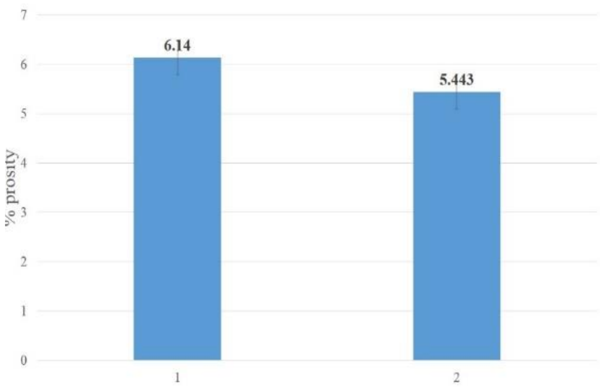
شکل ۲ تصویر میکروسکوپ نوری از نمونه ریخته‌گری شده -Al5083 5wt%. ZrB_2



شکل ۳ تصویر میکروسوپ نوری از نمونه اکسترود شده -Al5083 5wt%. ZrB_2

بررسی نتایج تخلخل و چگالی

شکل (۴) تخلخل نمونه‌های ریخته‌گری و اکسترود شده را نشان می‌دهد. روش محاسبه تخلخل و دانسیته تئوری در روابط (۷) و (۹) آمده است. بدین ترتیب مقادیر تخلخل نمونه‌ها محاسبه شده و در شکل (۵) آورده شده است.



شکل ۴ تخلخل نمونه ریخته‌گری و اکسترود شده

برای اندازه‌گیری میزان تخلخل در نمونه‌های ریخته‌گری شده و همچنین اثر افزوده شدن ذرات تقویت‌کننده بر دانسیته نمونه، پس از محاسبه دانسیته تئوری هر نمونه، از دو روش سنجش دانسیته تئوری و دانسیته ارشمیدسی استفاده شد و شرح روش‌ها در ذیل آورده شده است. از مقایسه دانسیته تئوری و دانسیته ارشمیدسی نمونه‌ها میزان تخلخل دانسیته نسبی نمونه‌ها محاسبه می‌شود.

دانسیته تئوری نمونه‌ها را می‌توان با مشخص بودن دانسیته زمینه و دانسیته تقویت کننده از طریق رابطه (۸) محاسبه کرد.

$$d_{th}=X_{reinf}.d_{reinf} + X_M.d_M \qquad (۸)$$

در رابطه فوق d دانسیته زمینه و تقویت‌کننده و X کسر حجمی زمینه و تقویت کننده می‌باشد. با توجه به رابطه (۹) درصد تخلخل موجود در حالت ریخته‌گری و اکسترود شده محاسبه شد.

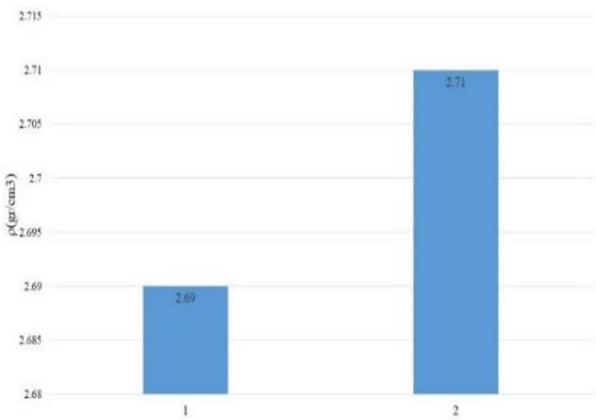
$$\%Prosity=(d_{th}-d_a)/d_{th}\times 100 \qquad (۹)$$

شکل (۸) چگالی نمونه ریخته‌گری و اکسترود شده را نشان می‌دهد. با توجه به شکل (۸) مشخص می‌شود که با افزودن پنج درصد دی بوراید زیرکونیوم به زمینه، چگالی افزایش می‌یابد. دلیل کاهش چگالی را می‌توان این طور توضیح داد که با افزایش ذرات تقویت کننده، سیالیت مذاب کاهش پیدا می‌کند و این کاهش سیالیت باعث افزایش حجم گازهای محبوس شده در مذاب می‌شود و باعث سخت شدن شرایط فرار گازها از داخل مذاب می‌گردد، در نتیجه چگالی کاهش می‌یابد [13].

قانون مخلوط‌ها در مورد چگالی، به صورت کلی طبق رابطه (۱۰) بیان می‌گردد.

$$\rho_T=\rho_{Al}.V_{Al} + \rho_{TiB2}.V_{TiB2} \qquad (۱۰)$$

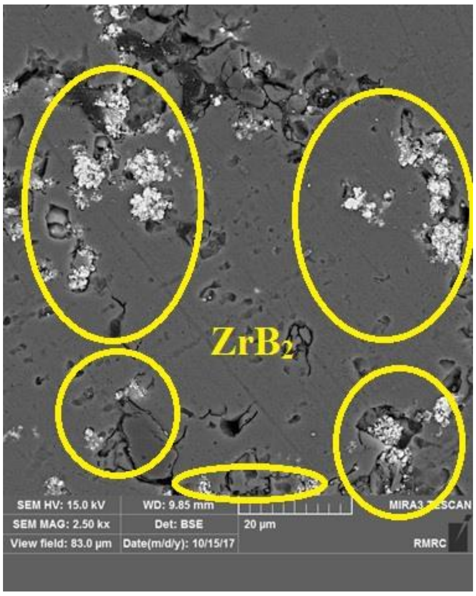
در رابطه (۱۰) ρ_{Al}، ρ_{TiB2} و ρ_T به ترتیب چگالی آلومینیوم ۵۰۸۳، دی بوراید زیرکونیوم و مخلوط می‌باشد. V_{TiB2} و V_{Al} به ترتیب، درصد حجمی یا کسر حجمی دی بوراید زیرکونیوم و آلومینیوم ۵۰۸۳ است.



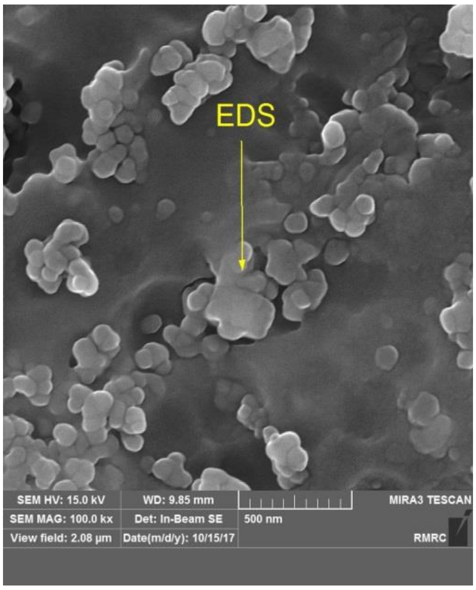
شکل ۵ چگالی نمونه‌های ریخته‌گری و اکسترود شده

بررسی EDS ذرات تقویت کننده دی بوراید تیتانیوم

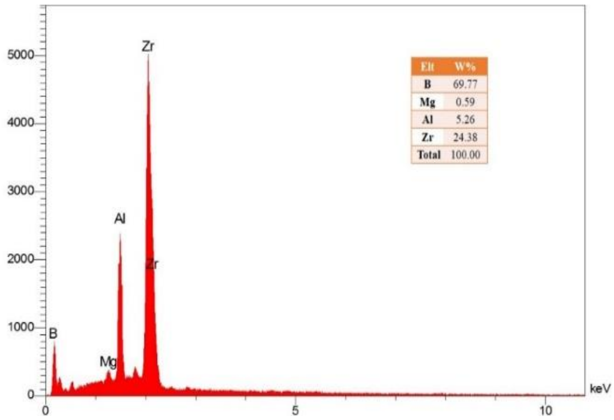
شکل (۶) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی از تشکیل ذرات دی بوراید زیرکونیوم در زمینه آلومینیوم ۵۰۸۳ و شکل (۷) تصویر میکروسکوپ اکترونی روبشی نشر میدانی آنالیز نقطه‌ای از ذرات دی بوراید زیرکونیوم و شکل (۸) آنالیز EDS از ذرات تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم را نشان می‌دهد. همان طور که از نتایج EDS مشاهده می‌شود عناصر تیتانیوم و بور نشان دهنده تشکیل ذرات تقویت کننده دی بوراید تیتانیوم به صورت درجا در زمینه آلومینیوم ۵۰۸۳ می‌باشد.



شکل ۶ تشکیل ذرات دی بوراید زیرکونیوم در زمینه



شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی آنالیز نقطه‌ای



شکل ۸ آنالیز EDS

بررسی ریزساختار ذرات تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم

شکل (۹) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی از اندازه ذرات نانوسایز تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم را نشان می‌دهد. شکل‌گیری ذرات تقویت کننده به صورت درجا در مذاب آلومینیوم وابسته به زمان شکل‌گیری است. زمان فرایند ریخته‌گری در سه مرحله است که در ابتدا همزدن اولیه به مدت ۱۰ دقیقه انجام شد. سپس برای انجام واکنش بین پودرها همزدن به مدت ۵ دقیقه متوقف شد و سپس برای جلوگیری از آگلومره شدن ذرات دی بوراید زیرکونیوم همزدن ثانویه به مدت ۱۰ دقیقه انجام شد.

بررسی نتایج خواص مکانیکی

افزایش استحکام در کامپوزیت‌های زمینه فلزی اساسا به عوامل گوناگونی از جمله نحوه توزیع ذرات تقویت کننده، افزایش چگالی نابه‌جایی‌ها به دلیل عدم تطابق مدول یانگ و ضرایب انبساط حرارتی ذرات تقویت کننده و زمینه، ریزدانه شدن ساختار و مکانیزم‌های استحکام‌دهی هال ـ پچ و اوران بستگی دارد [9,10,15].

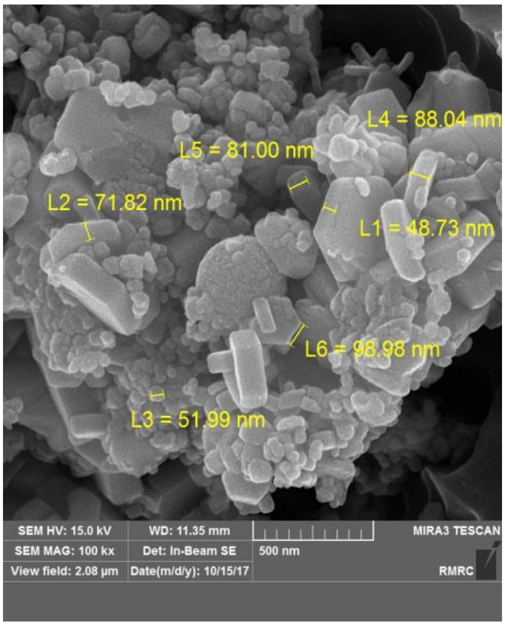
افزایش کار سختی را می‌توان به تأثیر خواص الاستیک ذرات دی بوراید زیرکونیوم و ممانعت از تغییر شکل پلاستیک زمینه نسبت داد. چرا که ذارت تقویت کننده دی بوراید زیرکونیوم فقط قابلیت تغییر شکل الاستیک را دارا هستند. در حالی که زمینه می‌تواند تغییر شکل پلاستیک دهد. لذا با فرض یک فصل مشترک مستحکم، ذرات دی بوراید زیرکونیوم در مقابل تغییر شکل پلاستیک زمینه ممانعت کرده و باعث افزایش کار سختی می‌شوند.

بررسی‌ها نشان می‌دهد که دلایل اصلی بهبود خواص مکانیکی پس از اکستروژن شامل موارد زیر است [17,18].

۱. بهبود توزیع تقویت کننده (یکنواخت شدن ساختار) به دلیل ایجاد تغییر شکل شدید پلاستیک در حین فرایند اکستروژن.

۲. افزایش استحکام (بهبود) فصل مشترک زمینه ـ تقویت کننده.

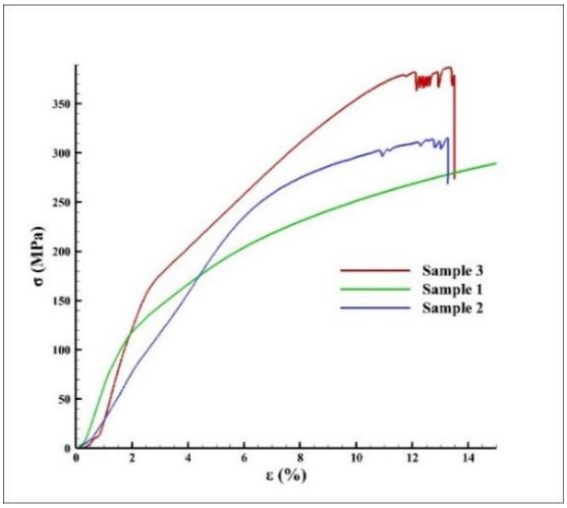
۳. کاهش تخلخل‌ها و حفرات شکل (۱۰) نمودار تنش ـ کرنش نمونه آلومینیوم ۵۰۸۳ به عنوان نمونه شاهد و نانوکامپوزیت Al5083-10wt% ZrB_2 بعد از عملیات تکمیلی اکستروژن گرم را نشان می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌شود استحکام و درصد ازدیاد طول نانوکامپوزیت Al5083-10wt% ZrB_2 نسبت به آلیاژ آلومینیوم ۵۰۸۳ افزایش یافته است.



شکل ۹ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی اندازه نانوذرات دی بوراید زیرکونیوم

جدول ۲ استحکام تسلیم نهایی

نام نمونه	استحکام کششی نهایی	نمونه
S_1	270 MPa	Al5083
S_2	300 MPa	Al5083-5%ZrB_2
S_3	360 MPa	Al5083-10% ZrB_2



شکل ۱۰ نمودار تنش ـ کرنش

نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر، تأثیر ۵ و ۱۰ درصد وزنی ذرات ZrB2 و ریزساختار و خواص کششی نانوکامپوزیت زمینه Al5083 مطالعه شد. نتایج حاصل از این پژوهش به شرح زیر است:

۱. با افزایش ذرات تقویت کننده دی بوراید زیرکونیم در زمینه استحکام تا ۳۶۰ مگاپاسکال افزایش و درصد ازدیاد طول ۱۹ درصد کاهش یافت.

۲. عملیات تکمیلی اکستروژن گرم سبب کاهش عیوب ریخته‌گری مثل تخلخل‌ها شد و با کاهش تخلخل‌ها چگالی افزایش یافت.

۴. زمان شکل‌گیری برای تشکیل نانوذرات تقویت کننده دی بوراید تیتانیوم به صورت درجا در آلومینیوم ۵۰۸۳ در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به صورت ۱۰ دقیقه همزدن اولیه و ۵ دقیقه نگهداری و ۱۰ دقیقه همزدن ثانویه است.

۵. همزدن ثانویه سبب توزیع یکنواخت ذرات تقویت کننده دی بوراید تیتانیوم در زمینه شده است و این امر سبب افزایش استحکام شده است.

واژه نامه

نانوکامپوزیت	Nanocomposite
سنتزدرجا	in-situ synthesis
اکستروژن	Extrusion
آنالیز پراش اشعه ایکش	X-ray diffraction analysis
میکروسکوپ نوری	Optical microscope
میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی	Field emission scanning electron microscope
استحکام کششی نهایی	Ultimate tensile strength
کرنش	Strain
تخلخل	Porosity
چگالی	Density
غیر هموژن	Non-homogeneous
چقرمگی	Toughness
ریخته‌گری گردابی	stir casting
انرژی سطحی	Surface energy
ترمودینامیک	Thermodynamic
اکسید	Oxide
کاربید	Carbide
نیترید	Nitride
سیلیکات	Silicate
بوراید	Boride
آلیاژ	Alloys
هیدروکلریک اسید	Hydrochloric acid
متالوگرافی	Metallography
پولیش	Polishing
متالوگرافی	Metallography

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] P.D.Khatibi, M.Saeidi, A.Latifi, *Nanostructure & Nanocomposites*. Danesh poyan javan, 2006.

[2] N. Chawla and K. K. Chawla, “Microstructure-based modeling of the deformation behavior of particle reinforced metal matrix composites,” *Journal of Materials Science*, vol. 41, pp. 913–925, 2006. https://doi.org/10.1007/s10853-

006-6572-1

[3] M. Singla, D. D. Dwivedi, L. Singh, and V. Chawla, “Development of aluminium based silicon carbide particulate metal matrix composite,” *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, vol. 8, no. 6, pp. 455–467, 2009. http://dx.doi.org/10.4236/jmmce.2009.86040

[4] S. Kim, C. G. Lee, and S. J. Kim, “Fatigue crack propagation behavior of friction stir welded 5083-H32 and 6061-T651 aluminum alloys,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 478, no. 1-2, pp. 56–64, 2008. https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.06.008

[5] C. Raghunath, M. S. Bhat, and P. K. Rohatgi, “In situ technique for synthesizing Fe-TiC composites,” *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 32, no. 4, pp. 577–582, 1995. https://doi.org/10.1016/0956-716X(95)90840-G

[6] R. M. German, *Powder metallurgy and particulate materials processing: the processes, materials, products, properties, and applications*. Randall M. German, 2005.

[7] M. F. Najafabadi and M. A. Golozar, “Pilot in-Situ Production of AL-TiB2 and AL-ZrB2 Composites Using Reactive Slag,” *Journal of Advanced Materials in Engineering (Esteghlal)*, vol. 23, no. 1, pp. 179–188, 2022. https://dor.isc.ac/dor/20.1001.1.2251600.1383.23.1.11.7

[8] Y. Chen and D. D. L. Chung, “In situ Al-TiB composite obtained by stir casting,” *Journal of Materials Science*, vol. 31, pp. 311–315, 1996. https://doi.org/10.1007/BF01139145

[9] S. A. Sajjadi, H. R. Ezatpour, and M. Torabi Parizi, “Comparison of microstructure and mechanical properties of A356 aluminum alloy/Al_2O_3 composites fabricated by stir and compo-casting process,” *Materials and Design*, vol. 34, pp. 106–111, 2012. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.037

[10] S. A. Sajjadi, H. R. Ezatpour, and H. Beygi, “Microstructure and mechanical properties of Al–Al_2O_3 micro and nano composites fabricated by stir casting,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 29-30, pp. 8765–8771, 2011. https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.08.052

[11] A. Alizadeh and E. Taheri-Nassaj, “Mechanical properties and wear behavior of Al-2wt.%Cu alloy composites reinforced by B_4C and fabricated by mechanical milling and hot extrusion,” *Materials Characterization*, vol. 67, pp. 119–128, 2001. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.02.006

[12] S. Schamm, R. Fedou, J. P. Rocher, J. M. Quenisset, and R. Naslain, “The K_2ZrF_6 Wetting Process: Effect of Surface Chemistry on the Ability of a SiC-Fiber Preform to be Impregnated by Aluminum,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 22, no. 9, pp. 2133–2139, 1991. https://doi.org/10.1007/BF02669881

[13] A. R. Norouzi, “Investigation of the microstructure and mechanical properties of Al-TiB_2 nanocomposite made by vortex casting method for aerospace applications,” The Fourth International Conference on Nanotechnology Science and Development, 2009. https://civilica.com/doc/1196851

[14] M. Emami and E. Tahbazfar, “Mechanism of TiB_2 particle formation in Al-TiB_2 metal matrix composite by alloy-alloy method,” *Journal of Tehran University of Technology*, vol. 36, pp. 223–230, 2002.

[15] H. Mir Hosseini and V. A. Asadi, “Fabrication and investigation of heat treatment of Al356-Al_2O_3 cast composite,” Fifth Annual Congress of the Iranian Society of Metallurgical Engineers, Amirkabir University of Technology, 2001. https://civilica.com/doc/101764

[16] N. Chawla and K. Chawla, *Metal Matrix Composites*. Isfahan University of Technology, First Edition, 2008. https://www.gisoom.com/book/1506017/

[17] A. Abdollahi, “Investigation of mechanical properties of Al2024-B_4 C nanocomposite produced by mechanical alloying and hot extrusion,” Malek Ashtar University of Technology, 2012. https://civilica.com/doc/1908806

[18] M. C. Carroll, *Improvements to the strength and corrosion resistance of aluminum-magnesium-manganese alloys of near-AA5083 chemistry*. The Ohio State University, 2001.

[19] Q. Xing, J. Zhao, H. Pan, L. Hou, and R. Li, “Effect of scandium and zirconium combination alloying on as-cast microstructure and mechanical properties of Al-4Cu-1.5Mg alloy,” School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Liaoning Province, China, 110870.

[20] Y. L. Song, Y. H. Liu, S. H. Wang, S. R. Yu, and X. Y. Zhu, “Effect of cerium addition on microstructure and corrosion resistance of die cast AZ91 magnesium alloy,” *Materials and Corrosion*, vol. 58, no. 3, pp. 189–192, 2007. https://doi.org/10.1002/maco.200603988